

Expérience 6 : Nitration régiosélective de l'acétanilide.

Nour El Houda Oudni

(300029248)

Démonstrateur :

Véronik Samson

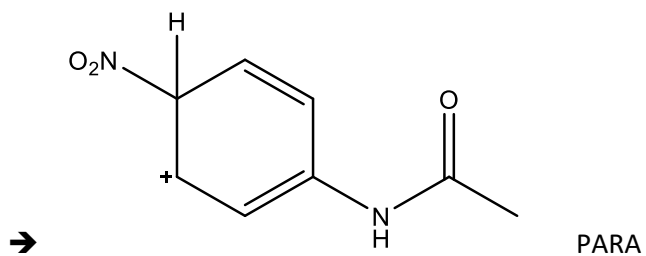
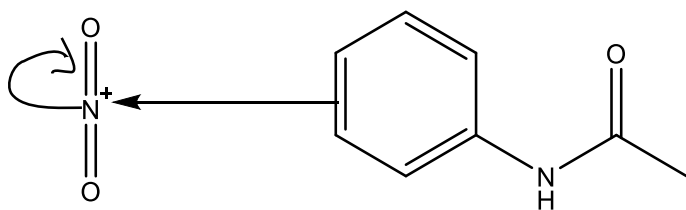
CHM1721

Groupe 02

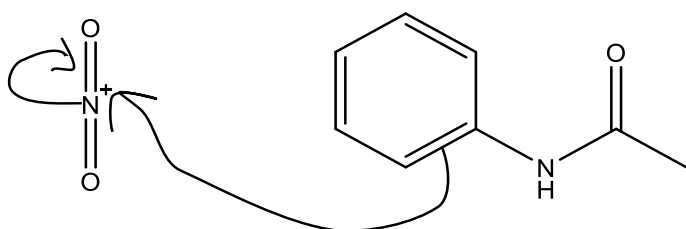
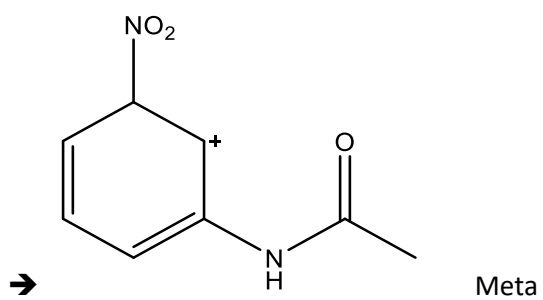
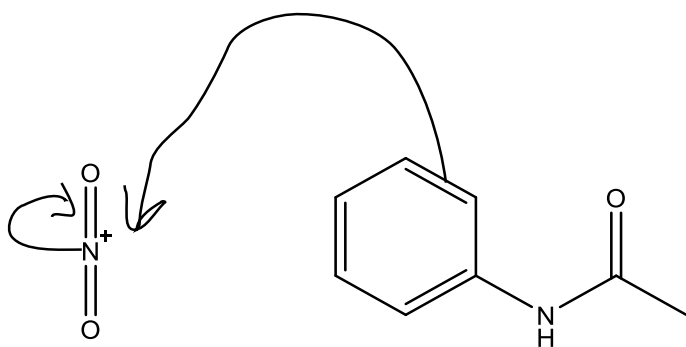
Département de chimie

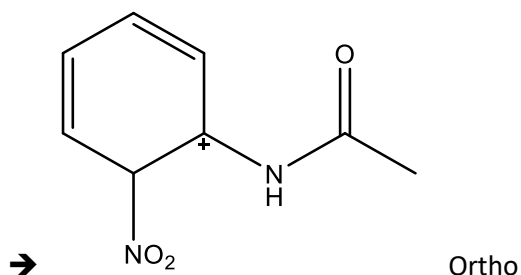
L'université d'Ottawa.

Introduction :



2 :





Protocole :

Voir manuel de laboratoire (pages 54-62)

Nous avons utilisé 5ml d'acide sulfurique dans l'étape 3, ainsi que 1.2 ml d'acide nitrique pendant l'étape 5.

Modifications au protocole expérimental :

Dans l'étape 5 du protocole de laboratoire nous avons utilisé 0.6ml d'acide sulfurique au lieu de 0.9 ml.

Tableau des réactifs :

Réactifs	Quantité	Masse molaire(g/mol)	Nombre de moles
Acétanilide	1	135.17	0.0075
Acide sulfurique	0.6	98.18	0.12
Acide nitrique	1.2	63.01	0.022

Observations :

- L'acétanilide est un composé solide sous forme de petits grains marrons.
- L'acide sulfurique est incolore et a une odeur assez forte.
- Notre solution a une couleur jaune un peu foncé à la fin.
- Après le réchauffement de notre solution, une couche de cristaux se forme.

Plaques CCM :

<p> $R_f = 0.26$ $R_f = 0.37$ AC CO R </p>	<p><u>CCM1 :</u></p> <p>AC : Acétanilide comme référence CO : Solution de référence+ solution réactionnelle R : Solution réactionnelle</p>
<p> $R_f = 0.51$ $R_f = 0.33$ $R_f = 0.14$ PR CO OR </p>	<p><u>CCM2 :</u></p> <p>Pr : Produit brut CO : Produit brut+ composé ortho OR : composé ortho</p>
<p> $R_f = 0.35$ $R_f = 0.15$ $R_f = 0.11$ PR CO M </p>	<p><u>CCM3 :</u></p> <p>Pr : produit brut CO : produit brut+ composé méta M : composé méta</p>

<p> $R_f = 0.53$ $R_f = 0.32$ $R_f = 0.16$ </p> <p>PR CO PA</p>	<p><u>CCM4 :</u></p> <p>PR : produit brut CO : produit brut+composé para PA : composé para</p>
<p> $R_f = 0.37$ $R_f = 0.25$ </p> <p>PR CO 2-4 di</p>	<p><u>CCM5 :</u></p> <p>PR : produit brut CO : produit brut+2-4 dichlorméthane 2-4 dichlorométhane</p>
<p> $R_f = 0.57$ $R_f = 0.42$ $R_f = 0.31$ $R_f = 0.13$ $R_f = 0.01$ </p> <p>M CO Pur</p>	<p><u>CCM6 :</u></p> <p>M : solution mère CO : solution mère+produit pur Pur : produit pur</p>

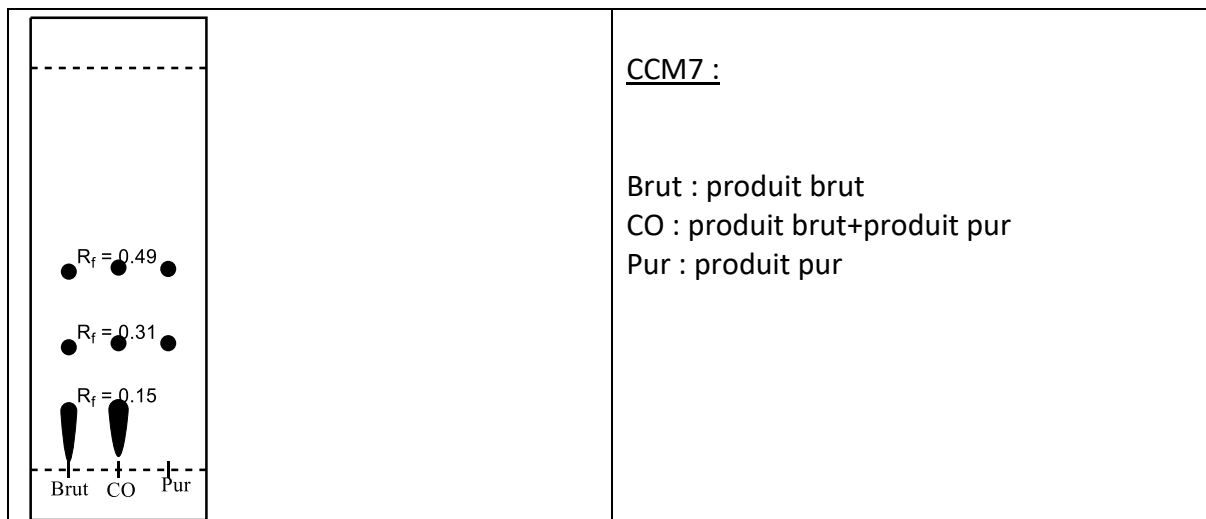


Tableau des résultats :

Produit	Quantité (g)	Masse molaire(g/mol)	Nombre de moles	% de rendement
Nitroacétalnilide	1.65	180.16	0.0092	33.2

Calculs :

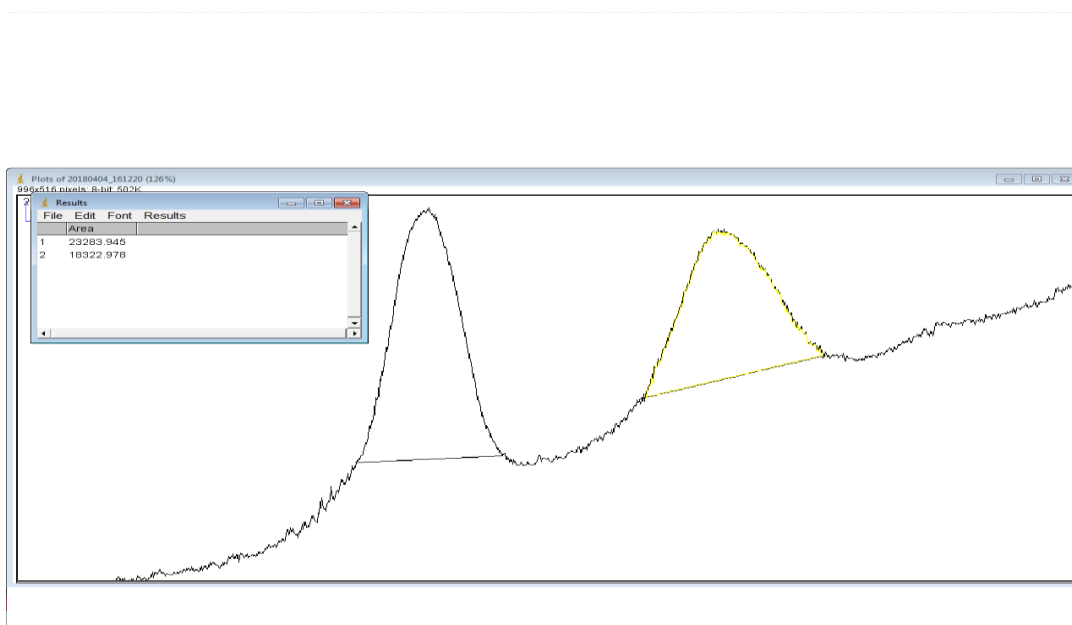
1- Calcul de Rf : prenons l'exemple de la CCM 1 :

$$R_f = D_s/D = 1.2/3.3 = 0.37$$

2-% de rendement :

$$(Masse\ finale/masse\ initiale) \times 100 = (1.65/4.97) \times 100 = 33.2\%$$

3-Image J :



Pourcentage d'absorbance :

Absorbance dinitro : 23284

Absorbance para : 18323

% absorbance dinitro : $(23284)/(23284+18323) * 100 = 56\%$

% absorbance para : $100-56 = 44\%$

Pourcentage molaire :

$y = \% \text{ absorbance } 2\text{-}4\text{dinitro} = 56$

$Y = 0.0223x^2 - 1.681x + 37.4 = 56$

Donc $0 = 0.0223x^2 - 1.681x - 18.6$

$X = 85.2\%$

% molaire dinitro : 85.2%

% molaire para : 14.8%

Discussion :

- Cette expérience avait pour but de faire la neutralisation de l'acétanilide grâce aux deux acides forts : l'acide sulfurique et l'acide nitrique, ça avait aussi pour but de déterminer quel composé aromatique était présent.
- Nous avons formé l'ion nitronium qui a agit comme électrophile ici
- En ajoutant le mélange à notre réaction il fallait le faire doucement car c'est une réaction qui dégage beaucoup d'énergie et on aurait eu des produits indésirables
- Nous avons fait notre 1^{ère} CCM pour voir si la réaction était finit ou pas autrement dit si la réaction avait été terminée on aurait eu absence du produit initial dans le mélange réactionnel
- Nous n'avons malheureusement pas eu ce résultat, en examinant notre CCM nous pouvons remarquer que le produit initial était dans la même ligne que le mélange réactionnel et donc il n'avait pas encore disparu
- Nous pouvons expliquer notre résultat pour la CCM 1 par le fait que la réaction était effectivement terminée mais c'était très concentré.
- Nous avons utilisé la glace et l'eau froide pour ralentir la réaction qui est exothermique, en effet garder la réaction froide est important pour éviter la denitration de notre produit
- Nous avons préparé 4 autres CCM pour déterminer la nature de notre produit brut
- La recristallisation a été utile pour isoler les différents isomères
- D'après nos 4 CCM préparées, nous pouvons conclure que notre produit brut contient du 2-4 dichlorométhane comme produit majoritaire et un peu de composé para comme produit minoritaire.
- Ensuite nous avons préparé 2 autres plaques CCM pour comparer la solution mère et pure au produit brut

- Ces 2 plaques ne nous donnent pas vraiment un résultat très précis, ça montre que notre recristallisation n'a pas été très utile dans ce cas dû à des erreurs cités dans les sources d'erreurs.
- Nous pouvons cependant conclure que l'isomère para est présent dans la solution mère et le produit brut
- Par contre notre isomère 2-4 dichlorométhane n'est pas présent ici dans notre produit brut
- Nos % molaires sont ceux à quoi on s'attendait vu qu'ici notre produit majoritaire est le 2-4 dinitro et non pas le para, ce qui fait que c'est normal que le % molaire du 2-4 dinitro soit plus élevé.
- Notre % de rendement n'est pas très élevé, ce qui veut dire que notre réaction n'a pas été très réussie ce qui pourrait s'expliquer par le fait qu'il y a eu beaucoup d'impuretés.

Sources d'erreurs :

Dans notre expérience il aurait pu avoir lieu de nombreuses sources d'erreurs, à commencer par les pertes de produit qu'on a eu dans la première partie, sans oublier l'erreur liée à la balance quand on a pesé nos produits ce n'est presque jamais exact.

De plus, il se peut que notre produit n'a pas été parfaitement sec à la fin de la recristallisation ce qui aurait changé nos résultats et notre % de rendement.

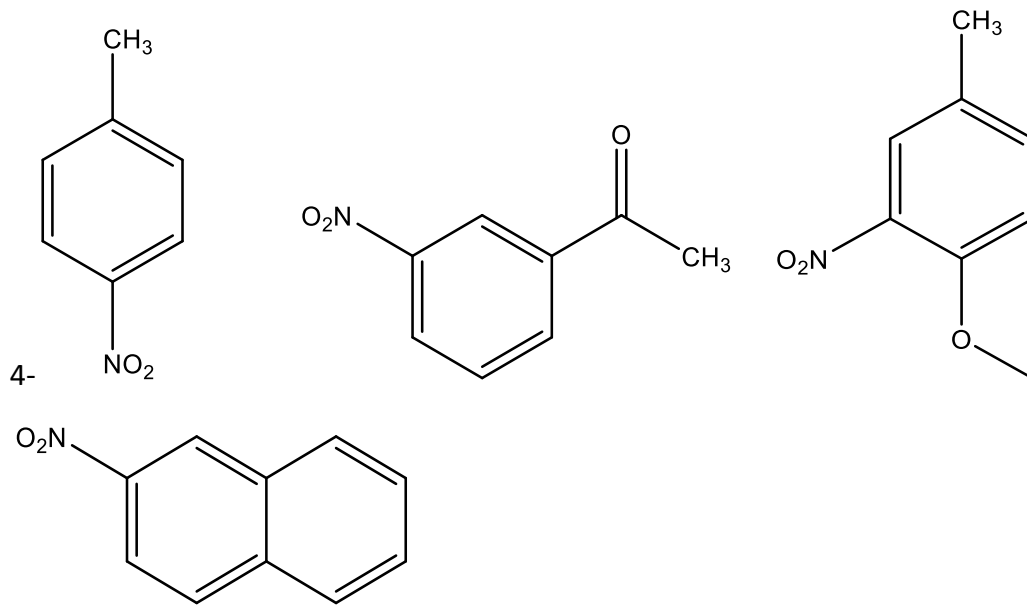
Enfin, il se peut que quelques impuretés présentes dans la verrerie ait eu de l'effet sur nos réactions, il ne faut pas oublier qu'en chimie le moindre petit détail compte lors d'une réaction et donc a beaucoup d'effet sur le résultat obtenu à la fin.

Réponses aux questions :

1-Plus un composé a la capacité de faire des liaisons hydrogènes plus il est polaire, vu que la CCM est composée de gel de silice (ce qui est un milieu polaire) alors tout ce qui est polaire est beaucoup plus attiré sur la plaque et l'on voit ici que notre composé ortho est beaucoup plus attiré vu qu'il est plus polaire que le composé para, lorsqu'on compare les valeurs de R_f nous avons R_f pour ortho = 0.51 et R_f pour para = 0.32

2-L'addition du second groupement nitro est plus lente car il y a déjà une différence d'énergie due à l'ajout du premier groupement nitro ce qui fait que la molécule aura une énergie qui diminue et donc elle devient moins attractive ce qui rend la réaction lente par la suite.

3-Le composé para est favorisé du à la distance entre les deux substituants, dans un composé para les deux substituants sont séparés par un carbone alors que dans le composé ortho ils ne sont pas séparés, ce qui fait que dans un composé para il n'y a pas de d'interaction stérique défavorable.



5-L'ajout du groupement se fait sur la position ortho ou para, par contre la position para est la plus stable

6-

a- Le benzène est le réactif limitant car il a le plus petit nombre de mole =10 moles

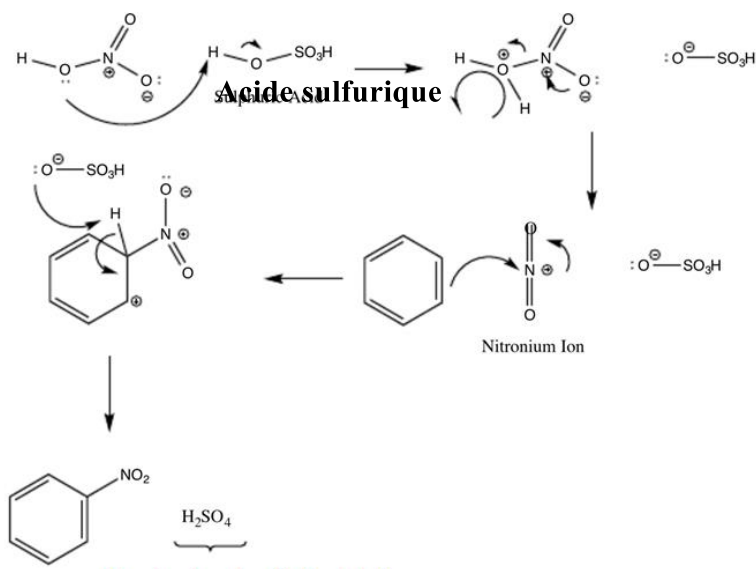
b-Masse théorique = 10moles x 123g/mol = 1230g

% de rendement= (masse actuelle/ théorique) x 100

% de rendement= (1000/1230) x100 =81.3%

c- Le plus probable c'est le di nitrobenzène

d- Le rôle du H₂SO₄ est d'activer l'électrophile :



e- Masse theorique= (10 moles x168.017g/mol) = 1680.17g

% de rendement= (masse actuelle/masse théorique) x100

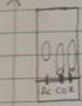
% de rendement= (250/1680.17) x100 = 14.8%

7-Il y a préférence pour le 1-nitrofurane en cause de présence de résonance ce qui nous donne un produit plus stable à la fin, contrairement au 2-nitrofurane

Données brutes :

- Expérience 6 -

la réaction se passe lentement
 la couleur devient à peu près jaune.
 Plaque CCM #1 ⇒



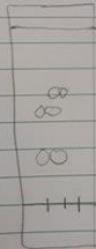
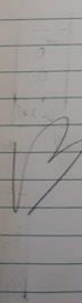
Acétaldehyde comme
 supérieure

(Réact° terminée mais
 c'est très concentré
 ce qui explique ce
 résultat)

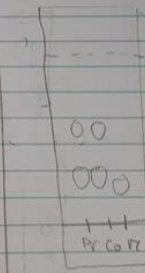
le produit brut est solide et jaune.

Produit brut = 1,65g.

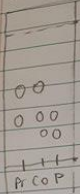
CCM #3 = ortho



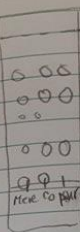
CCM: Meta



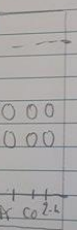
CCM: Para



Solut° mise



CCM: 2-4: bi



brut et pur

